

黄铜中铜和铁的导数分光光度法同时测定

王尊本 郑朱梓 刘 恩

(厦门大学化学系)

黄铜除含主要成份铜和锌外,还含有少量铁、铝、锰、铅、铋、镉和磷等元素。本文采用一阶导数分光光度法可不经预处理同时测定黄铜中的铜和铁,相对标准偏差分别为1.8%和2.6%,相对误差分别为0.14%和1.0%。

方法原理: Fe^{3+} 和 Cu^{2+} 在盐酸羟胺、柠檬酸钠、邻菲罗啉介质中会分别形成橙红色和蓝色配合物。两者的吸收光谱重迭。但是由它们的一阶导数谱图可知,在463nm处测定铁时铜的存在无干扰,而在612nm处测定铜时铁的存在有一定的干扰。不过可以利用已知浓度的铁标准溶液在463nm处和612nm处导数峰值的比例关系(比例系数 $K = \frac{h_{463}^{Fe}}{h_{612}^{Fe}} = 6.68$),由 h_{463}^{Fe} 求出 h_{612}^{Fe} ,最后由混合物在612nm处的总导数峰值 $h_{612}^{总}$ 加上 h_{612}^{Fe} 即可得到铜在612nm处的导数峰值 h_{612}^{Cu} 。

标准曲线的绘制: 于5个50ml容量瓶中依次加入浓度为 $50\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 的铁标准溶液2.00、4.00、6.00、8.00和10.00ml,再依次加入浓度为 $2000\mu\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ 的铜标准溶液5.00、7.50、10.0、12.50、15.00ml,再各加入10%盐酸羟胺溶液2.00ml、5%柠檬酸钠溶液8.00ml,稍稍振荡后,各加入2%邻菲罗啉的盐酸溶液7.00ml。放入约50℃的水浴中加热2—3分钟,流水冷却,用蒸馏水定容,摇匀。在Beckman DU-7 HS型分光光度计上以 $600\text{nm}\cdot\text{min}^{-1}$ 速度和 $\Delta\lambda 10.0$ 为条件绘制出它们的一阶导数谱图,从图上量出 h_{463}^{Fe} 值和 $h_{612}^{总}$ 值,按上述方法计算出 h_{612}^{Cu} 值。分别以 h_{463}^{Fe} 值和 h_{612}^{Cu} 值为纵坐标,以铁和铜的浓度为横坐标作图即得各自的标准曲线。

样品分析: 称取0.6—0.8g BY1911-1号铝黄铜标准样品六份,分别置于六个50ml烧杯中,加入5ml 1:1 HNO_3 ,加热溶解之,驱赶氮的氧化物,冷却后用水转移入100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。吸取上述溶液各5.00ml分别置于六个50ml容量瓶中,按绘制标准曲线的步骤进行测定,量出相应的 h_{463}^{Fe} 值和 $h_{612}^{总}$ 值,再换算出 h_{612}^{Cu} 值,并由各自的标准曲线求出试样中铜和铁的含量。

干扰情况: 经实验证明,样品中含有的Al、Mn、Pb、Bi、Sb、P等元素并不干扰Fe和Cu的测定。

(收稿日期:1987年8月24日)

分析化学

(月刊)

第十六卷 第十一期

一九八八年十一月二十日出版

本刊登记:吉林省期刊登记证第8号

编辑出版

印刷者

发行处

订购处

国外发行

中国化学会

《分析化学》编辑委员会

(长春市斯大林大街109号)

中国科学院沈阳分院印刷厂

(沈阳市和平区三好街)

辽宁省沈阳市邮局

全国各地邮局

中国国际图书贸易总公司

(中国国际书店,北京2820信箱)